

4.8 重量分析基本操作

4.8.1 样品的溶解^①

(1) 准备好洁净的烧杯，合适的搅拌棒（搅拌棒的长度应高出烧杯 5~7cm）和表面皿（表面皿的大小应稍大于烧杯口）。烧杯内壁和底不应有划痕。

(2) 称入样品后，用表面皿盖好烧杯。

(3) 溶样时应注意：

① 溶样时若无气体产生，可取下表面皿，将溶剂沿杯壁或沿着下端紧靠杯壁的搅拌棒加入烧杯，边加边搅拌，直至样品全溶解。

② 溶样时若有气体产生（如碳酸钠加盐酸），应先加少量水润湿样品，盖好表面皿，由烧杯嘴与表面皿的间隙处滴加溶剂。样品溶解后，用洗瓶吹洗表面皿的凸面，流下来的水应沿杯壁流入烧杯（图 4-27）并吹洗烧杯壁。

③ 溶解样品时，若需要加热，应盖好表面皿。停止加热时，应吹洗表面皿和烧杯壁。

④ 若样品溶解后必须加热蒸发，可在杯口放上玻璃三角或在杯沿上挂三个玻璃钩，再放表面皿。

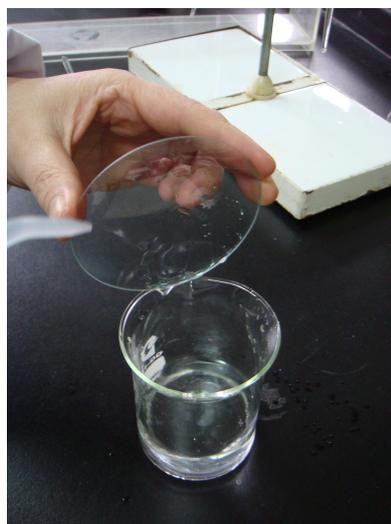


图 4-27 吹洗表面皿

4.8.2 沉淀

应根据沉淀性质采取不同的操作方法。

1. 晶形沉淀

^① 这里主要指易溶于水或酸的样品溶解操作。

① 在热溶液中进行沉淀，必要时将溶液稀释。

② 操作时，左手拿滴管加沉淀剂溶液。滴管口应接近液面，勿使溶液溅出。滴加速度要慢，接近沉淀完全时可以稍快。与此同时，右手持搅棒充分搅拌，但需注意不要碰到烧杯的壁或底。

③ 应检查沉淀是否完全。方法是：静置，待沉淀下沉后，于上层清液液面加少量沉淀剂，观察是否出现浑浊。

④ 沉淀完全后，盖上表面皿，放置过夜或在水浴上加热一小时左右，使沉淀陈化。

2. 非晶形沉淀

沉淀时宜用较浓的沉淀剂溶液，加沉淀剂和搅拌速度都可快些，沉淀完全后要用热蒸馏水稀释，不必放置陈化。

4.8.3 过滤和洗涤

对于需要灼烧的沉淀，要用定量（无灰）滤纸过滤（若滤纸的灰分过重，则需进行空白校正），而对于过滤后只要烘干即可进行称量的沉淀，则可采用微孔玻璃坩埚过滤。

1. 用滤纸过滤

(1) 滤纸的种类及规格

表 4-6 定量滤纸规格

| 项目 | 单位 | 快速（白带） | 中速（蓝带） | 慢速（红带） |
|--------|-----------------------|--------|--------|--------|
| 质量 | g/m^2 | 75 | 75 | 80 |
| 过滤示范 | | 氢氧化物 | 碳酸锌 | 硫酸钡 |
| 孔 度 | | 大 | 中 | 小 |
| 水 分 | % 不大于 | 7 | 7 | 7 |
| 灰 分 | % 不大于 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 含铁量 | % 不大于 | — | — | — |
| 水溶性氯化物 | % 不大于 | — | — | — |

表 4-7 定性滤纸规格

| 项目 | 单位 | 快速（白带） | 中速（蓝带） | 慢速（红带） |
|--------|-----------------------|--------|--------|--------|
| 质量 | g/m^2 | 75 | 75 | 80 |
| 过滤示范 | | 氢氧化物 | 碳酸锌 | 硫酸钡 |
| 水 分 | % 不大于 | 7 | 7 | 7 |
| 灰 分 | % 不大于 | 0.15 | 0.15 | 0.15 |
| 含铁量 | % 不大于 | 0.003 | 0.003 | 0.003 |
| 水溶性氯化物 | % 不大于 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |

表 4-8 定性定量滤纸主要技术指标和规格

| 指标名称 | 快速 (t) | 中速 (t) | 慢速 (t) |
|-------------|---------------------|-------------------|-------------------|
| 滤水时间 10mL/t | ≤35s | ≤70s | ≤140s |
| 分离性能 (沉淀物) | Fe(OH) ₃ | PbSO ₄ | BaSO ₄ |
| 滤纸名称 | | 灰分 | |
| 定性滤纸 | | ≤0.013% | |
| 定量滤纸 | | ≤0.009% | |

分析化学实验室中常用的滤纸分为定量滤纸和定性滤纸两种。按过滤速度和分离性能的不同。又分为快速、中速和慢速三类。

定量滤纸的特点是灰分很低。以直径 125 mm 定量滤纸为例。每张纸的质量约 1g，灼烧后其灰分的质量不超过 0.1 mg(小于或等于常量分析天平的感量)。在重量分析法中可以忽略不计。所以通常又称为无灰滤纸。定量滤纸中其他杂质的含量也比定性滤纸低，其价格比定性滤纸高，在实验过程中，应根据具体情况，合理地选用滤纸。

(2) 滤纸的选择

① 滤纸的致密程度要与沉淀的性质相适应。胶状沉淀应选用质疏松孔大的滤纸，晶形沉淀应选用致密孔小的滤纸。沉淀越细，所选用的滤纸应越致密。

② 滤纸的大小要与沉淀的多少相适应，过滤后，漏斗中的沉淀一般不要超过滤纸圆锥高度的 1/3，最多不得超过 1/2。

(3) 漏斗的选择

① 漏斗的大小与滤纸的大小相适应，滤纸的上缘应低于漏斗上沿 0.5~1 cm。

② 应选用锥体角度为 60°、颈口倾斜角度为 45°的长颈漏斗。颈长一般为 15~20 cm，颈的内径不要太粗，以 3~5 mm 左右为宜。

(4) 滤纸的折叠和漏斗的准备

① 所需要的滤纸选好后，先将手洗净擦干，把滤纸对折后再对折。为保证滤纸与漏斗密合，第二次对折时，不要把两角对齐将一角向外错开一点，并且不要折死，这时将圆锥体滤纸打开放入洁净干燥的漏斗中，如果滤纸和漏斗的上边缘不十分密合，可以稍稍改变滤纸的折叠程度，直到与漏斗密合后再用手轻按滤纸，把第二次的折边折死。所得的圆锥体滤纸半边为三层，另半边为一层，为使滤纸帖紧漏斗壁，将三层这半边的外层撕掉一个角（图 4-28），最外层撕得多一点，第二层少撕一点，这样撕成梯形，将折好的滤纸放入漏斗，三层的一边放在漏斗出口短的一边。用食指按住三层的一边，用洗瓶吹水将滤纸湿润，然后轻轻按压滤纸，使滤纸的锥体上部与漏斗之间没有空隙，而下部与漏斗内壁却留有缝隙。按好后，在漏斗中加水至滤纸边缘，这时漏斗下部空隙和颈内应全部充满水，当漏斗中的水流尽后，颈内仍能保留水柱且无气泡。若不能形成完整的水柱，可以用手堵住漏斗下口，稍稍掀起滤纸三层的一边，用洗瓶向滤纸和漏斗之间的空隙里加水，直到漏斗颈与锥体的大部分充满水，最后按紧滤纸边，放开堵出口的手指，此时水柱即可形成。如此操作后水柱仍无形成，可能由于漏斗内径太大（内径大于 3~5 mm），或者内径不干净有油污而造成的，根据具体情况处理好后，再重新贴滤纸。

② 漏斗贴好后，再用蒸馏水冲洗一次滤纸，然后将准备好的漏斗放在漏斗架上，下面放一干净的烧杯承接滤液，漏斗出口长的一边紧靠杯壁，漏斗和烧杯都要盖好表面皿，备用。

(5) 过滤和洗涤

① 采用“倾注法”过滤，就是先将上层清液倾入漏斗中，使沉淀尽可能留在烧杯内。操作步骤为：左手拿起烧杯置于漏斗上方，右手轻轻地从烧杯中取出搅拌棒并紧贴烧杯嘴，垂



图 4-28 滤纸折叠

直竖立于滤纸三层部分的上方，尽可能地接近滤纸，但绝不能接触滤纸，慢慢将烧杯倾斜，尽量不要搅起沉淀，把上层清液沿玻璃棒倾入漏斗中（图 4-29）。倾入漏斗的溶液，最多到滤纸边缘下 5~6 mm 的地方。当暂停倾注溶液时，将烧杯沿玻璃棒慢慢向上提起一点，同时扶正烧杯，等玻璃棒上的溶液流完后，将玻璃棒放回原烧杯中，切勿放在烧杯嘴处。在整个过滤过程中，玻璃棒不是放在原烧杯中，就是竖立在漏斗上方，以免试液损失，漏斗颈的下端不能接触滤液。溶液的倾注操作必须在漏斗的正上方进行。不要等漏斗内液体流尽就应继续倾注。

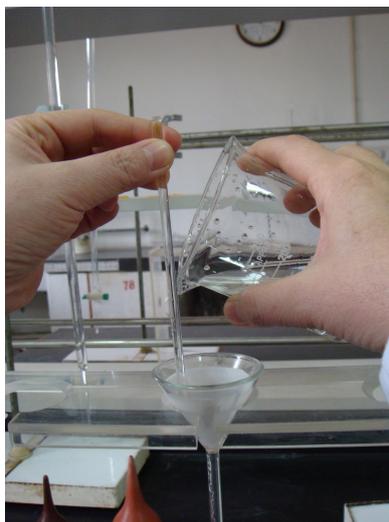


图 4-29 过滤

② 过滤开始后，随时观察滤液是否澄清，若滤液不澄清，则必须另换一洁净的烧杯承接滤液，用原漏斗将滤液进行第二次过滤，若滤液仍不澄清，则应更换滤纸重新过滤（在此过程中保持沉淀及滤液不损失）。第一次所用的滤纸应保留，待洗。

③ 当清液倾注完毕，即可进行初步洗涤，每次加入 10~20 mL 洗涤液冲洗杯壁，充分搅拌后，把烧杯放在桌上，待沉淀下沉后再倾注。如此重复洗涤数次。每次待滤纸内洗涤液流尽后再倾注下一次洗涤液。如果所用的洗涤总量相同，那么每次用量较小，多洗几次要比每次用量较多，少洗几次的效果要好。

④ 初步洗涤几次后，再进行沉淀的转移。向盛有沉淀的烧杯中加入少量洗涤液，搅起沉淀，立即将沉淀与洗涤液沿玻璃棒倾入漏斗中，如此反复几次，尽可能地将沉淀都转移到滤纸上。



图 4-30 沉淀转移



图 4-31 沉淀帚

⑤ 如沉淀未转移完全，特别是杯壁上沾着的沉淀，要用左手把烧杯拿在漏斗的上方，烧杯嘴向着漏斗，拇指在烧杯嘴的下方，同时右手把玻璃棒从烧杯中取出横放在烧杯口上，使玻璃棒的下端伸出从烧杯嘴约 2~3 cm，此时用左手食指按住玻璃棒的较高地方，倾斜烧杯使玻璃棒下端指向滤纸三层一边，用洗瓶吹洗整个烧杯内壁，使洗涤液和沉淀沿玻璃棒流入漏斗中（图 4-30），若还有少量沉淀牢牢地粘在烧杯壁上，吹洗不下来，可用撕下的滤纸角擦净玻璃棒和烧杯的内壁，将擦过的滤纸角放在漏斗里的沉淀上。也可用沉淀帚（图 4-31）擦净烧杯的内壁，再用洗瓶吹洗沉淀帚和杯壁，再用洗瓶吹洗沉淀和杯壁，并在明亮处仔细检查烧杯内壁、玻璃棒、沉淀帚、表面皿是否干净。

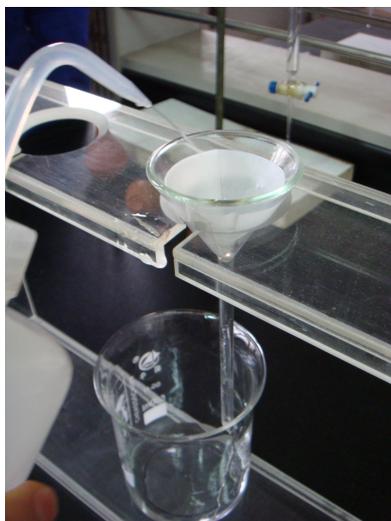


图 4-32 洗涤沉淀

⑥ 沉淀全部转移后，继续用洗涤液洗涤沉淀和滤纸。洗涤时，水流从滤纸上缘开始往下作螺旋形移动，将沉淀冲洗到滤纸的底部（图 4-32），用少量洗涤液反复多次洗涤。最后再用蒸馏水洗涤烧杯、沉淀及滤纸 3~4 次。

用一洁净的小试管（表面皿也可以）承接少量漏斗中流出的洗涤液，用检测试剂检验沉淀是否洗干净。

2. 用微孔玻璃坩埚（玻璃砂芯坩埚）过滤

表 4-9 玻璃过滤器的规格及使用

| 滤片号 | 滤片平均孔径 (μm) | 一般用途 |
|-----|--------------------------|----------------------|
| 1 | 80~120 | 过滤粗颗粒沉淀 |
| 2 | 40~80 | 过滤较粗颗粒沉淀 |
| 3 | 15~40 | 过滤化学分析中一般结晶沉淀和含杂质的水银 |
| 4 | 5~15 | 过滤细颗粒沉淀 |
| 5 | 2~5 | 过滤极细颗粒沉淀 |
| 6 | <2 | 过滤细菌 |

化学分析中常用 3 号，4 号过滤器，如丁二酮肟—Ni 沉淀可用 3 号砂芯坩埚过滤，在 105℃ 烘干、称量。

玻璃砂芯坩埚只能在低温下干燥和烘烤。最高温度不得超过 500℃。最适用于只需在 150℃ 以下烘干的沉淀。

凡沉淀呈浆状，不宜用玻璃砂芯坩埚过滤，因为沉淀会堵塞滤片细孔。

玻璃坩埚滤片耐酸性强，耐碱性差，因此不能过滤碱性较强的溶液。

新的滤器使用前要经酸洗(浸泡)、抽滤、水洗、抽滤、晾干或烘干。由于滤器的滤片容易吸附沉淀物和杂质，为了防止残留物堵塞微孔，使用后清洗滤器也是很重要的。清洗的原则是，选用既能溶解或分解残留物质又不至于腐蚀滤板的洗涤液进行浸泡，然后抽滤、水洗、抽滤。例如：过滤 KMnO_4 溶液后，要用盐酸或草酸溶液浸泡、抽洗残留的 MnO_2 ；过滤 AgCl 后，要选用氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液浸洗，过滤丁二酮肟镍后要用温热的盐酸浸泡；过滤 BaSO_4 后，要用 100℃ 浓硫酸浸泡、过滤 Hg 后要用热浓硝酸浸泡。

玻璃滤器不宜过滤较浓的碱性溶液、热浓磷酸及氢氟酸溶液，也不宜过滤残渣堵孔又无法洗掉的溶液。加热干燥时，升温 and 冷却都要缓慢进行，用较高温度烘干后，应在烘箱中稍降温后再取出，以防造成裂损。

表 4-11 列出某些沉淀物的清洗方法。

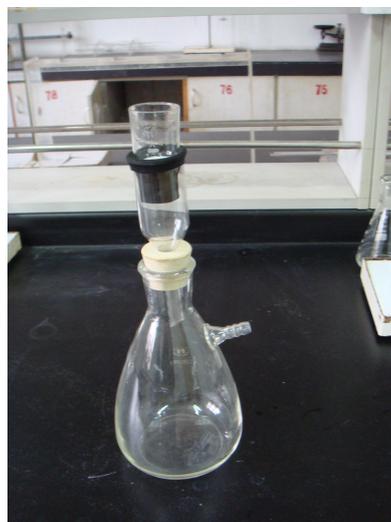
表 4-10 某些沉淀物的洗涤方法

| 沉淀物 | 清洗液 |
|-----------------|--|
| 脂肪等 | 四氯化碳或适当的有机溶剂 |
| 氯化亚铜、铁斑 | 含 KClO_4 的热浓 HCl |
| BaSO_4 | 100℃ 的浓 H_2SO_4 |
| 汞渣 | 热浓 HNO_3 |
| AgCl | 氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 |

| | |
|---------|---|
| 铝质、硅质残渣 | 先用 2%HF，继用浓 H ₂ SO ₄ 洗涤，随继用蒸馏水、丙酮反复漂洗几次 |
| 各种有机物 | 铬酸洗液 |



(a) 布氏漏斗



(b) 砂芯坩埚

图 4-33 抽滤装置

(1) 微孔玻璃坩埚的准备：选择合适孔径的玻璃坩埚，用稀盐酸或稀硝酸浸洗，然后用自来水冲洗，再把玻璃坩埚安置在具有橡皮垫圈的吸滤瓶上（图 4-33），用抽水机抽滤，在抽气下用蒸馏水冲洗坩埚。冲洗干净后再与干燥沉淀相同的条件下，在烘箱中烘至恒重。

(2) 过滤与洗涤：过滤与洗涤的方法和用滤纸过滤相同。只是应注意，开始过滤前，先倒溶液于玻璃坩埚中，然后再打开水泵，每次倒入溶液不要等吸干，以免沉淀被吸紧，影响过滤速度。过滤结束时，先要松开吸滤瓶上的橡皮管，最后关闭水泵以免倒吸。

(3) 擦净搅拌棒和烧杯内壁上的沉淀时，只能用沉淀帚，不能用滤纸。

(4) 微孔玻璃坩埚耐酸力强，耐碱力弱，因此不能过滤碱性较强的溶液。

4.8.4 干燥和灼烧

1. 干燥器的准备和使用

(1) 擦净干燥器的内壁及外壁，将多孔瓷板洗净烘干，把干燥剂筛去粉尘后，借助纸筒放入干燥器如图（4-34），再放上多孔瓷板。在干燥器的磨口上涂上一层薄而均匀的凡士林油。

(2) 开启干燥器时，左手按住干燥器的下部（图 4-35），右手按住盖子上的圆顶，向左前方推开盖子。盖子取下后，将其倒置在安全的地方，也可拿在手中，用左手放入（或取出）坩埚或称量瓶，及时盖上干燥器盖。加盖时也应拿住盖上圆顶推着盖好。

(3) 将坩埚或称量瓶等放入干燥器时，应放在瓷板圆孔内，当放入热的坩埚时，应稍稍打开干燥器盖 1~2 次。

(4) 干燥器内不准存放湿的器皿或沉淀。

(5) 挪动干燥器时，双手上下握住干燥器盖，以防止滑落打碎（图 4-36）

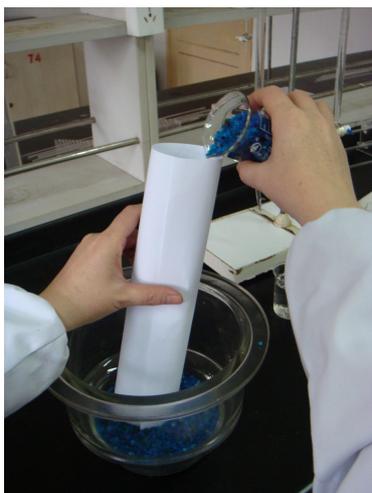


图 4-34 干燥剂加入



图 4-35 打开保干器

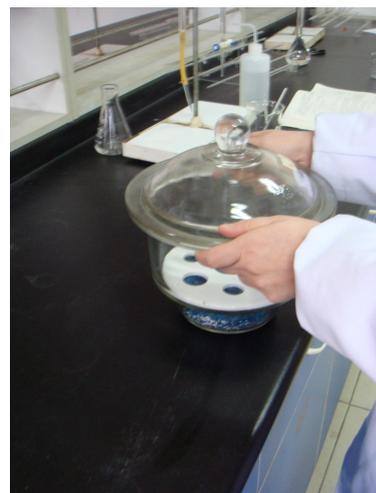


图 4-36 挪动干燥器

2. 坩埚的准备

先清洗坩埚并晾干，随即进行编号。将少许氯化钴粉末加入饱和硼砂溶液中，用此溶液在坩埚外壁和盖上编写号码（也可用铅笔），再加热灼烧。将其灼烧至恒重（两次称量相差 0.2mg 以下，即达恒重）。灼烧和冷却均应定温定时，具体的温度和时间视沉淀的性质而定。通常，第一次灼烧时间约 45 分钟左右，第二次灼烧约 20 分钟左右。灼烧后的坩埚放在空气中冷却至红热稍退放入干燥器中，冷却 30~60 分钟。冷却应在天平室中进行，与天平温度相同时再进行称量。冷却的时间每次必须相同。

3. 沉淀和滤纸的烘干

(1) 带有沉淀的滤纸的折卷

① 用洁净的药铲或尖头玻璃棒将滤纸的三层部分掀起，用手拿住三层部分，把滤纸锥体取出。注意手指不要碰着沉淀：

② 将滤纸打开成半圆形，自右端 1/3 半径处向左折起；

③ 自上边向下边折，再自右向左卷成小卷（图 4-37）中 a、b、c、d、e。



a b c d e

图 4-37 沉淀滤纸折卷

④ 把折好的滤纸包放入已恒重的坩埚中，层数较多的一边向上，以便炭化和灰化。也可以按（图 4-38）所示的方法折叠：

① 把滤纸锥体取出后（取法同前）不打开，而折成四折，撕去一角的地方应在边缘如图（a）；

② 然后将上边向下折（三层部分在外面）如（b）；

③ 再将左右两边向里折，尖端(即有沉淀的地方)向下如（c），放在已恒重的坩埚内。



a b c

图 4-38 沉淀滤纸折叠

如果为胶状沉淀，一般体积较大，用上述方法不易包好。这时就不把滤纸取出，可用偏头玻璃棒将纸边挑起，向中间折叠，将沉淀全部盖住，如图（4-39），然后再转移到已恒重的坩埚中，仍使三层部分向上。

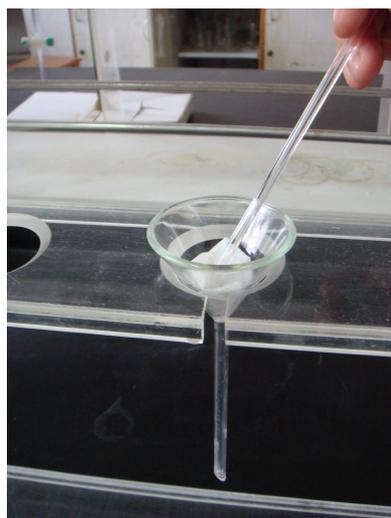


图 4-39 沉淀滤纸折叠

（2）沉淀的干燥

沉淀干燥应在高温炉外进行，一般使用煤气灯。先调好泥三角位置的高低，将放有沉淀完整版，请访问 www.kaoyancas.net 科大科院考研网，专注于中科大、中科院考研

淀的坩埚斜放在泥三角上，坩埚底部枕在泥三角的一边上，坩埚口朝泥三角的顶角。把坩埚盖斜倚在坩埚口的中上部（图 4-40）。为使滤纸和沉淀迅速干燥，应该用反射焰，即用小火加热坩埚盖中部（图 4-40 (a)），则热空气流便进入坩埚内部，而水蒸气从坩埚上面逸出（图 4-40 (a)）。

4. 滤纸的炭化和灰化

待滤纸及沉淀干燥后，将煤气灯逐渐移至坩埚底部（图 4-40 (b)），稍稍加大火焰，使滤纸炭化。注意火力不能突然加大，如温度升高太快，滤纸会生成整块的炭，需要较长时间才能将其完全烧完。如遇滤纸着火，可用坩埚盖盖住，使坩埚内火焰熄灭（切不可用嘴吹灭），同时移去煤气灯。火熄灭后，将坩埚盖移至原位，继续加热至全部炭化。炭化后加大火焰，使滤纸灰化。滤纸灰化后应该不再呈黑色。为了使坩埚壁上的炭完全灰化，应该随时用坩埚钳夹住坩埚转动，但注意每次只能转一极小的角度，以免转动过于剧烈时，沉淀飞扬。

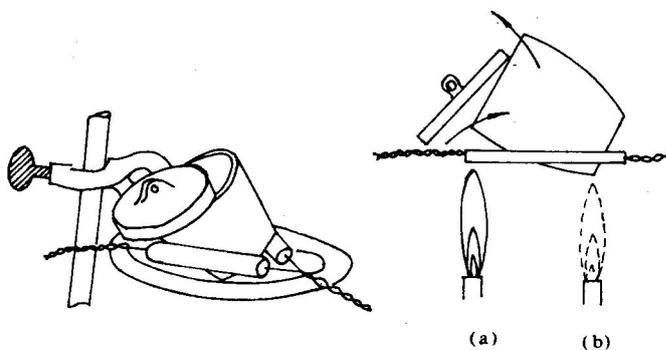


图 4-40 滤纸的炭化和灰化

5. 沉淀的灼烧

(1) 灰化后，将坩埚移入马弗炉中，盖上坩埚盖（稍留有缝隙），在与空坩埚相同的条件下（定温定时）灼烧至恒重。若用煤气灯灼烧，则将坩埚直立于泥三角上，盖严坩埚盖，在氧化焰上灼烧至恒重。切勿使还原焰接触坩埚底部，因还原焰温度低，且与氧化焰温度相差较大，以至坩埚受热不均匀而容易损坏。

(2) 灼烧时将炉温升至指定温度后应保温一段时间（通常，第一次灼烧 45 分钟左右，第二次灼烧 20 分钟左右）。灼烧后，切断电源，打开炉门，将坩埚移至炉口，待红热稍退，将坩埚从炉中取出^①，放在洁净的泥三角或洁净的耐火瓷板上，在空气中冷却至红热退去，再将坩埚移入干燥器中（开启 1~2 次干燥器盖）冷却 30~60 分钟，待坩埚的温度与天平温度相同时再进行称量。再灼烧、冷却、称量，直至恒重为止。注意每次冷却条件和时间应一致。称重前，应对坩埚与沉淀总重量有所了解，力求迅速称量。重复时可先放好砝码。

^① 从炉内取出热坩埚时，坩埚钳应预热，且注意不要触及炉壁。

4.9 常见分析化学实验仪器及使用方法

4.9.1 电子天平

1. 天平的工作原理和常见故障排除

电子天平是最新一代的天平，是基于电磁学原理制造的，有顶部承载式（吊挂单盘）和底部承载式（上皿式）两种结构。一般的电子天平都装有小电脑，具有数字显示、自动调零、

表 4-11 电子天平的故障诊断指南

| 故障 | 原因 | 排除 |
|-------------------|--|---|
| 显示器上无任何显示 | — 无工作电压 — 未接变压器 | — 检查供电线路及仪器 — 将变压器接好 |
| 在调整校正之后，显示器无显示 | — 放置天平的表面不稳定 — 未达到内校稳定 | — 确保放置天平的场所稳定 — 防止振动对天平支撑面的影响 — 关闭防风罩 |
| 显示器显示“H” | — 超载 | — 为天平卸载 |
| 显示器显示“L”或“Err 54” | — 未装称盘或底盘 | — 依据电子天平的结构类型，装上称盘或底盘 |
| 称量结果不断改变 | — 振动太大，天平暴露在无防风措施的环境中 — 防风罩未完全关闭 — 在称盘与天平壳体之间有一杂物 — 吊钩称量开孔封闭盖板被打开 — 被测物重量不稳定(吸收潮气或蒸发) — 被测物带静电荷 | — 通过“电子天平工作菜单”采取相应措施 — 完全关闭防风罩 — 清除杂物 — 关闭吊钩称量开孔 |
| 称量结果明显错误 | — 电子天平未经调校 — 称量之前未清零 | — 对天平进行调校 — 称量前清零 |

自动校正、扣除皮重、输出打印等功能，有些产品还具备数据贮存与处理功能。电子天平操作简便，称量速度很快。近年来，我国已生产了多种型号的电子天平，但由于电子天平的价格比机械天平高几倍至十倍，目前国内尚未普及。

电子天平的一般操作方法是：通电预热一定时间（按说明书规定）；调整水平；待零点显示稳定后，用自带的标准砝码进行校准；取下标准砝码，零点显示稳定后即可进行称量。例如用小烧杯称取样品时，可先将洁净干燥的小烧杯放在称盘中央，显示数字稳定后按“去皮”键，显示即恢复为零，再缓缓加样品至显示出所需样品的质量时，停止加样，直接记录称取样品的质量。短时间（例如 2 h）内暂不使用天平，可不关闭天平电源开关，以免再使用时重新通电预热。

使用电子天平一定要注意保持天平内的清洁。

2. 电子天平的操作

(1) 预热时间

为了达到理想的测量结果，电子天平在初次接通电源或者在长时间断电之后，至少需要30分钟的预热时间，只有这样，天平才能达到所需要的工作温度。

显示器接通与关闭（待机状态）

为了接通或关闭显示器，请按下 I/O 键。



图 4-41 电子天平操作面板

(2) 自检

在接通以后，电子量程系统自动实现自检功能。当显示器显示零时，自检过程即告结束，此时，天平工作准备就绪。

为了使您获得信息，在天平的显示器上出现如下标记：

在右上部显示O，表示 OFF。即天平曾经断电（重新接电或断电时间长于3秒）。

左下方显示 O，表示仪器处于待机状态。

显示器已通过 I/O 键关断，天平处于工作准备状态。一旦接通，仪器便可立刻工作，而不必经历预热过程。

显示◇，表示仪器正在工作。在接通后到按下第一个键的时间内，显示此标记◇，如果仪器正在工作时显示这个标记，则表示天平的微处理器正在执行某个功能，因此，不接受其它任务。

(3) 清零

只有当仪器经过清零之后，才能执行准确的重量测量，请您按下两个 TARE 键中的一个，以便使重量显示为 0。这种清零操作可在天平的全量程范围内进行。

(4) 简单称量（确定重量）

将物品放到称盘上。当显示器上出现作为稳定标记的重量单位“g”或其它选定的单位时，读出重量数值。关于这些单位的信息，您可在“重量单位”一节中找到。

使用一级天平注意事项：

为避免测量误差，必须将空气密度考虑在内，下列公式可用于计算被称物的真实质量：

$$m = n_w \frac{1 - \rho_1 / 8000 \text{kg} \cdot \text{m}^{-3}}{1 - \rho_1 / \rho} \quad (4-6)$$

4.9.2 紫外-可见分光光度计

操作步骤:

1. 开启电源，指示灯亮，仪器预热 20 分钟，选择开关置于“T”。
2. 打开试样室盖（光门自动关闭），调节“0%T”旋钮，使数字显示为“00.0”。
3. 将装有溶液的比色皿放置比色架中。
4. 调节波长旋钮，把测试所需的波长调节至刻度线处。
5. 盖上样品室盖，将参比溶液比色皿置于光路，调节透过率“100%T”旋钮，使数字显示为“100.0T”（如果显示不到 100%T，则可适当增加灵敏度的档数，同时应重复“3”，调整仪器的“00.0”）
6. 将被测溶液置于光路中，数字表上直接读出被测溶液的透过率（T）值。
7. 吸光度 A 的测量，参照“3”“6”调整仪器的“00.0”和“100.0”，将选择开关置于 A 旋动吸光度调零旋钮，使得数字显示为 0.000，然后移入被测溶液，显示值即为试样的吸光度 A 值。
8. 浓度 c 的测量，选择开关由 A 旋至 C，将已标定浓度的溶液移入光路，调节浓度按钮，使得数字显示为标定值，将被测溶液移入光路，即可读出相应的浓度值。
9. 仪器在使用时，应常参照本操作方法中“3”“6”进行调“00.0”和“100.0”的工作。
10. 每台仪器所配套的比色皿不能与其它仪器上的比色皿单个调换。
11. 本仪器数字显示后背部，带有外接插座，可输出模拟信号，插座 1 脚为正，2 脚为负接地线。
12. 如果大幅度改变测试波长时，需等数分钟后才能正常工作。（因波长由长波向短波或短波向长波移动时，光能量变化急剧，光电管受光后响应较慢，需一段光响应平衡时间）

4.9.3 酸度计

1. 开机前的准备

- (1) 将多功能电极架插入多功能电极架插座中；将 pH 复合电极安装在电极架上。
- (2) 将 pH 复合电极下端的电极保护套拔下，并且拉下电极上端的橡皮套使其露出上端小孔。
- (3) 用蒸馏水清洗电极。

2. pH 值的测量

仪器使用前首先要标定。一般情况下仪器在连续使用时，每天要标定一次。

(1) 仪器标定

- a) 打开电源开关，“pH/mV”波段开关旋至“pH”档，使仪器进入 pH 测量状态；
- b) 调节“温度”旋钮，使旋钮白线对准溶液温度值；把“斜率”旋钮顺时针旋到底(100%位置)；
- c) 把用蒸馏水清洗过的电极插入 pH=6.86pH 的标准缓冲溶液中，调节“定位”旋钮使仪器显示读数与该缓冲溶液当时温度下的 pH 值相一致。
- d) 把用蒸馏水清洗过的电极插入 pH=4.00(或 pH=9.18)的标准缓冲溶液中，调节“斜

率”旋钮使仪器显示读数与该缓冲液中当时温度下的 pH 值一致；

- e) 重复(c)和(d)直至不用再调节定位或斜率两调节旋钮为止，仪器完成标定。
- f) 用蒸馏水清洗电极后即可对被测溶液进行测量。

注意：经标定后，定位调节旋钮及斜率调节旋钮不应再有变动。标定的缓冲溶液第一次应用 pH=6.86 的溶液，第二次应用接近被测溶液 pH 值的缓冲液，如被测溶液为酸性时，缓冲溶液应选 pH=4.00；如被测溶液为碱性时则选 pH=9.18 的缓冲溶液。

(2) 测量

经标定过的仪器，即可用来测量被测溶液，被测溶液与标定溶液温度是否相同，所引起的测量步骤也有所不同。具体操作步骤如下：

被测溶液与定位溶液温度相同时，测量步骤如下：

- a) 用蒸馏水清洗电极头部，再用被测溶液清洗一次；
- b) 把电极浸入被测溶液中，用玻璃棒搅拌溶液，使溶液均匀后读出该溶液的 pH 值。

被测溶液和定位溶液温度不同时，测量步骤如下：

- a) 用蒸馏水清洗电极头部，再用被测溶液清洗一次；
- b) 用温度计测出被测溶液的温度值；
- c) 调节“温度”调节旋钮，使白线对准被测溶液的温度值；
- d) 把电极插入被测溶液内，用玻璃棒搅拌溶液，使溶液均匀后读出该溶液的 pH 值。

3. 注意事项

(1) 玻璃电极的保质期为一年，出厂一年以后不管是否使用，其性能都会受到影响，应及时更换。

(2) 第一次使用的 pH 电极或长期停用的 pH 电极，在使用前必须在 $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氯化钾溶液中浸泡 24h。

4.9.4 离心机

操作程序：

1. 把离心机放置于平面桌或平面台上，四只橡胶机脚应坚实接触平面，目测使之平衡，用手轻摇一下离心机，检查离心机是否放置平稳。
2. 打开门盖，将离心管放入转子体内，离心管必须成偶数对称放入（离心管试液应称量加入），注意把转子体上的螺钉旋紧，并重新检查试管是否对称放入、螺钉是否旋紧。
3. 关上门盖，注意一定要使门盖锁紧，完毕用手检查门盖是否关紧。
4. 插上电源插座，按下电源开关。
5. 设置转子号、转速、温度、时间：

在停止状态下时，用户可以设置转子号、转速、温度、时间，按设置（SET）键，此时离心机处于设置状态，停止灯亮、运行灯闪烁；在运行状态下时，用户只能设置转速、温度、时间，按设置（SET）键，此时离心机处于设置状态，此时运行灯亮、停止灯闪烁（停止状态下按“SET”键可以在时间、温度、转速和转子号之间循环选择；运行状态下按“SET”键可以在时间、温度和转速之间循环选择）。

(1) 设置转子号：按“SET”键，当转子数码管右下角的小数点亮时，即进入转子号设置，再按“▲”或“▼”键选择离心机本次工作所带的转子号，共有六种转子可供选择，注意：设置的转子号要与所选用的转子一致，不可设置错误。

(2) 设置转速：按“SET”键，当转速最后一个数码管右下角的小数点亮时，即进入转速设置，再按“▲”或“▼”键确定离心机本次工作的转速。

(3) 设置温度：按“SET”键，当温度最后一个数码管右下角的小数点亮时，即进入温度设置，再按“▲”或“▼”键确定离心机的工作的温度。

(4) 设置时间：按“SET”键，当时间最后一个数码管右下角的小数点亮时，即进入时间设置，再按“▲”或“▼”键确定离心机本次工作的时间（时间最长为 99 分钟），时间为倒计时。

(5) 当上述四个步骤完成后，再按“ENTER”键，以确认上述所设的转子、转速、温度、时间，再按“START”键启动离心机。

(6) 在运行当中，如果要看离心力，按下“RCF”键（RCF 灯亮），就显示当时转速下的离心力，3 秒钟后自动返回到运行状态；在离心机运行时进入设置状态，如果要取消设置，按下“RCF”键即返回到运行状态。

6. 离心机时间倒计时到“0”时，电机断电，5 秒钟后开始刹车，离心机将自动停止，当转速等于 0 r/min 时，蜂鸣器鸣叫 15 声，按下“RCF”键可取消鸣叫；运行途中按“STOP”键，离心机停止运转，蜂鸣器不响。当转子停转后，打开门盖取出离心管。

8. 关断电源开关，离心机断电。

4.9.5 集热式磁力搅拌器

1. 操作程序

(1) 首先检查随机配件是否齐全，然后按顺序先装好夹具，插上控温探头以备用。

把所需实验之油或其它溶液置于不锈钢锅内(要漫过电热管)，放入搅拌子即可待搅拌。

(2) 再将盛有溶液的烧杯、三角瓶固定于不锈钢锅内的溶液中，加入搅拌子。

(3) 插上电源，打开电源开关，指示灯亮表明电源已接通，调整调速旋钮从左至右(由低速到高速)选择所需搅拌的速度即可，不允许高速直接起动，以免搅拌子不同步，引起跳动。

(4) 需要进行恒温加热时，请打开加热开关，指示灯亮，控温表红色发光管亮，表明可以进行恒温加热操作，此时打开控温表罩，调整控温旋钮设置所需温度值，当设置温度值高于常温时，绿色发光管亮表明加热器开始工作，请注意此时应同时进行溶液搅拌，不进行溶液搅拌时不能加热，把传感器探头置于溶液之中，以测量实验溶液温度，控温探头及实测温度计可以置于恒温状态，当温度发生波动时，红、绿灯自动交换，使加热器处于恒定状态，此过程自动完成，不需进行任何操作。

(5) 不工作时应切断电源，为确保安全，使用时请接上地线。

(6) 仪器应保持清洁干燥，不锈钢锅内严禁不加溶液空加热，以免烧坏加热器。

2. 注意事项

(1) 加热时间一般不宜过长，间歇使用能延长寿命。

(2) 中速运转可连续工作 8 小时，高速运转可连续工作 4 小时。

(3) 使用前请详细阅读说明书，以便正确使用。

(4) 长时间不用，请擦拭干净置于干燥通风处。

4.9.6 冷冻干燥器

冷冻干燥之前，先将准备干燥的物品置于低温冰箱或液氮中，使物品完全冰冻结实，方可进行冷冻干燥。

主机与真空泵之间由真空泵连接，连接处采用国际标准卡箍。卡箍内含一只密封橡胶圈，连接前可在橡胶圈上涂抹适量真空脂，再用卡箍卡紧。

主机的右侧板上设有真空泵的电源插座，将真空泵的电源线连接好。

检查一下真空泵，确认已加注真空油，不可无油运转。油面不得低于油镜的中线，第一次使用前，请仔细阅读真空泵使用说明书。

主机冷阱上方的“O”型密封橡胶圈应保证清洁，第一次使用时，可薄薄地涂上一层真空脂，有机玻璃罩置于橡胶圈上，轻轻旋转几下，有利于密封。

1. 开机操作

(1) 连好总电源线，打开右侧黄色总电源开关。此时“冷阱温度”显示窗开始显示冷阱的温度；

(2) 按一下“制冷机”开关，制冷机开始运转，冷阱温度逐渐降低。为使冷阱且有充分吸附水份的能力，预冷时间不少于 30 分钟；

(3) 按一下“真空计”开关，此时真空度显示为“999”；

(4) 预冷结束后，将已准备好的待干燥物品置于干燥盘中，再将有机玻璃罩罩上。

(5) 按下快速充气阀(位于右前面板)上的不锈钢按片，听到咔嚓声后，将快速充气阀接嘴拔出来，以自动密封。

(6) 按下“真空泵”开关，真空泵开始工作，真空度显示“999”，直到 1000Pa 以下，方可显示实际真空度，冷冻干燥进程开始。

注：在真空泵开始工作时，用力下压有机玻璃罩片刻，有利于密封。

(7) 多歧管型，首先应将橡胶阀关闭(将阀芯长把向上)，待真空度达到 20Pa 以下时将预冻结束的冻干瓶插入橡胶阀下接口，将塑料阀芯向下旋转 180°。(注意：此时真空显示会有回升，应在真空度达到 20Pa 以下时，再装下一瓶)。

2. 关机操作

(1) 将快速充气阀接嘴，插入快速充气阀座，同时关“真空泵”电源开关，使空气缓慢进入冷阱；如需充入惰性气体，则将惰性气体的减压导管连接“充气口”。

(2) 关“真空计”、“制冷机”，如长期不用应拔掉电源线。

(3) 提起有机玻璃罩，将物品取出、保存，冷冻干燥过程结束。

(4) 冷阱中的冰化成水后，需将水从快速充气阀出口排出，操作与充气类同。

(5) 清理冷阱内的水份和杂质，妥善保管设备。真空泵不用时，应盖上排气嘴，以防脏物进入。

(6) 多歧管型，应逐个关闭橡胶阀并取下冻干瓶后再重复关机操作。

参考文献

- 1 北京大学化学分析化学教研室，基础分析化学实验(第二版)，北京大学出版社，2003
- 2 南京大学《无机及分析化学实验》编写组，无机及分析化学实验，高等教育出版社，1998
- 3 大连理工大学《分析化学实验》编写组，分析化学实验，大连理工大学出版社，1989
- 4 陈焕光，分析化学实验，中山大学出版社，2006
- 5 李雄志，杨仁柱，分析化学实验，北京师范大学出版社，1990
- 6 吉林大学化学系分析化学教研室，分析化学实验，吉林大学出版社，1992
- 7 武汉大学化学与分子科学学院实验中心，分析化学实验，武汉大学出版社，2003
- 8 柴华丽，马林，徐华华，陈剑铨，定量分析化学实验教程，复旦大学出版社，1993
9. 金谷，江万权，周俊英，定量化学分析实验，中国科学技术大学出版社，2005
- 10 徐伟亮 主编，基础分析化学实验，科学出版社，2005.
- 11 谢国梅，分析化学实验（第二版），浙江大学出版社，2001
- 12 王彤，姜言权，分析化学实验。高等教育出版社，2002